

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-31720

(P2002-31720A)

(43) 公開日 平成14年1月31日 (2002.1.31)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テーマコード(参考)

G 0 2 B 5/30

G 0 2 B 5/30

2 H 0 4 9

B 2 9 C 41/26

B 2 9 C 41/26

4 F 2 0 5

// B 2 9 K 29:00

B 2 9 K 29:00

B 2 9 L 7:00

B 2 9 L 7:00

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2001-131818(P2001-131818)

(22) 出願日 平成13年4月27日 (2001.4.27)

(31) 優先権主張番号 特願2000-140014(P2000-140014)

(32) 優先日 平成12年5月12日 (2000.5.12)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000001085

株式会社クラレ

岡山県倉敷市酒津1621番地

(72) 発明者 実藤 徹

愛媛県西条市朔日市892番地 株式会社ク

ラレ内

(72) 発明者 藤田 聡

愛媛県西条市朔日市892番地 株式会社ク

ラレ内

(74) 代理人 100087941

弁理士 杉本 修司

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリビニルアルコール系フィルムおよび偏光フィルム

(57) 【要約】

【課題】 大画面液晶ディスプレイに用いられる偏光フィルム用途に好適な、大面積においても均一な光学性能を有する幅広いポリビニルアルコール系フィルムを提供する。

【解決手段】 ドラム製膜によって得られたポリビニルアルコール系フィルムであって、フィルムのTD方向の厚み変動を $0.5\mu\text{m}/\text{mm}$ 以下とし、フィルムの厚みを $20\sim 150\mu\text{m}$ とし、フィルムの幅を $2\text{m}$ 以上とする。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ドラム製膜によって得られた、フィルムの TD 方向の厚み変動が  $0.5 \mu\text{m}/\text{mm}$  以下であり、フィルムの厚みが  $20 \sim 150 \mu\text{m}$  であり、かつフィルムの幅が  $2\text{m}$  以上であることを特徴とするポリビニルアルコール系フィルム。

【請求項 2】 フィルムの TD 方向の厚み変動が  $0.28 \mu\text{m}/\text{mm}$  以下である請求項 1 記載のポリビニルアルコール系フィルム。

【請求項 3】 フィルムの厚みが  $40 \sim 120 \mu\text{m}$  である請求項 1 記載のポリビニルアルコール系フィルム。

【請求項 4】 偏光フィルム用である請求項 1 記載のポリビニルアルコール系フィルム。

【請求項 5】 請求項 4 記載の偏光フィルム用ポリビニルアルコール系フィルムから製造された偏光フィルム。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、大画面液晶ディスプレイに用いられる偏光フィルム用途に好適な、大面積においても均一な光学性能を有する幅広いポリビニルアルコール系フィルムに関する。

## 【0002】

【従来の技術】光の透過および遮蔽機能を有する偏光板は、光のスイッチング機能を有する液晶とともに、液晶ディスプレイ (LCD) の基本的な構成要素である。この LCD の適用分野も、開発初期の頃の電卓および腕時計等の小型機器から、ラップトップパソコン、ワープロ、液晶カラープロジェクター、車載用ナビゲーションシステム、液晶テレビ等の範囲に広がり、大画面でも使用されるようになってきたことから、従来品以上に大画面における光学性能の均一性に優れた偏光板が求められるようになった。

【0003】偏光板は、一般に、ポリビニルアルコール系フィルム (以下、ポリビニルアルコール系重合体を「PVA」、ポリビニルアルコール (系重合体) フィルムを「PVA フィルム」と略記することがある) を一軸延伸し、染色することにより製造した偏光フィルムの両面に、三酢酸セルロース (TAC) 膜等の保護板を貼り合わせた構成をしている。偏光性能の均一性のためには、厚みの均一な PVA フィルムを用いること、二色性染料を均一に染めること、斑なく貼り合わせること等多くの注意点があるが、用いる素材の PVA フィルムがいかに均一であるかが重要な要素である。

【0004】PVA フィルムを製造する方法として、例えば、溶液または熔融状態の PVA を含有する製膜原料 (有機溶剤などを含んでいてもよい) を、加熱したベルトもしくはドラムに供給し乾燥することによりベルトもしくはドラム製膜を行なう方法が、工業的に用いられている。

## 【0005】

2

【発明が解決しようとする課題】しかし、ベルト上またはドラム上に溶液もしくは熔融状態の PVA フィルムの製膜原料をダイから吐出し乾燥することにより製膜を行なう方法については、厚みの均一なフィルムを得ることが困難であった。元来、フィルムの厚み斑は望小特性であり、厚み斑が限りなくゼロに近いものが最良であるが、現実的には幾つかの問題を内包している。すなわち、厚み斑には 2 つの項目があり、TD 方向 (横方向) に対して数  $\text{cm}$  ～数十  $\text{cm}$  の範囲で厚みの凹凸がある大きなうねりと  $1\text{mm}$  範囲内で厚みの凹凸が発生する局所的なフィルムのスジである。

【0006】本発明において問題としているのは、後者の局所的な凹凸スジであり、ダイから製膜原料を吐出する際に時間経過とともに、ダイの吐出部 (リップとも呼ぶ) から MD 方向 (縦方向) に沿って直線状のスジ (凹凸) が連続的に発生することがある。このスジは従来はあまり問題とされなかったが、近年の LCD の画面サイズの大画面化、画面輝度の向上に伴って、PVA フィルムにスジがあると偏光板を製造した際に、色ムラとなり、これが光学的な欠陥になるという問題が表面化してきた。従来より、フィルムの厚み斑を解消する試みは広く行われており、例えば特開平 6-138319 号公報において、厚み斑の小さい PVA フィルムが提案されているが、TD 方向に対して数  $\text{cm}$  ～数十  $\text{cm}$  の範囲で厚みの凹凸がある大きなうねりの解消を目的にしており、局所的なスジ状の欠陥の解消を目的にしたものはこれまでほとんど知られていない。一方、近年 LCD の画面大型化に伴い幅  $2\text{m}$  以上の光学用フィルムが要求されるようになってきたが、 $2\text{m}$  以上のフィルム幅のフィルムを製造する際、ベルト製膜法の場合にはベルトの MD 方向でベルト同志を繋ぐことが必要となる。その結果、PVA 製膜原料をベルト上で吐出、乾燥すると、ベルトの繋ぎ部分の局所的な凹凸スジである光学不良 (屈折率、透過率、結晶性等の不均一) のために、光学用フィルムとして使用できない場合があった。

【0007】本発明の目的は、大画面液晶ディスプレイに用いられる偏光フィルム用途に好適な、大面積においても均一な光学性能を有する幅広い PVA フィルムを提供することにある。本発明者らは、この課題に対して鋭意研究を進めた結果、本発明を見出したものである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】前記目的は、ドラム製膜によって得られた、フィルムの TD 方向の厚み変動が  $0.5 \mu\text{m}/\text{mm}$  以下であり、フィルムの厚みが  $20 \sim 150 \mu\text{m}$  であり、かつフィルムの幅が  $2\text{m}$  以上であることを特徴とする PVA フィルムにより達成される。ここで、「フィルムの TD 方向の厚み変動が  $0.5 \mu\text{m}/\text{mm}$  以下であり、」とは、フィルムの TD 方向 (横方向: JIS K 6900 参照) に連続的にフィルムの厚みを測定し、TD 方向の任意の  $1\text{mm}$  当たりのフィル

ムの厚みの差を求めたとき、この厚みの差が  $0.5 \mu\text{m}$  以下であることを意味する。この発明によれば、大面積においても均一な光学性能を有する PVA フィルムが得られる。

#### 【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。PVA フィルムを構成するポリビニルアルコール系重合体としては、ビニルエステル系モノマーを重合して得られたビニルエステル系重合体をケン化し、ビニルエステル単位をビニルアルコール単位としたものを用いることができる。そのビニルエステル系モノマーとしては、例えば、ギ酸ビニル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、バレリン酸ビニル、ラウリン酸ビニル、ステアリン酸ビニル、安息香酸ビニル、ピバリン酸ビニル、パーサティック酸ビニル等を挙げることができ、これらのなかでも酢酸ビニルを用いるのが好ましい。

【0010】ビニルエステル系モノマーを共重合させる際に、必要に応じて、共重合可能なモノマーを、本発明の効果を損なわない範囲内（好ましくは 15 モル% 以下、より好ましくは 5 モル% 以下の割合）で共重合させることもできる。

【0011】このようなビニルエステル系モノマーと共重合可能なモノマーとしては、例えば、エチレン、プロピレン、1-ブテン、イソブテン等の炭素数 3~30 のオレフィン類；アクリル酸およびその塩；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 n-プロピル、アクリル酸 i-プロピル、アクリル酸 n-ブチル、アクリル酸 i-ブチル、アクリル酸 t-ブチル、アクリル酸 2-エチルヘキシル、アクリル酸ドデシルアクリル酸オクタデシル等のアクリル酸エステル類；メタクリル酸およびその塩；メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 n-プロピル、メタクリル酸 i-プロピル、メタクリル酸 n-ブチル、メタクリル酸 i-ブチル、メタクリル酸 t-ブチル、メタクリル酸 2-エチルヘキシル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸オクタデシル等のメタクリル酸エステル類；アクリルアミド、N-メチルアクリルアミド、N-エチルアクリルアミド、N, N-ジメチルアクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド、アクリルアミドプロパンスルホン酸およびその塩、アクリルアミドプロピルジメチルアミンおよびその塩、N-メチロールアクリルアミドおよびその誘導体等のアクリルアミド誘導体；メタクリルアミド、N-メチルメタクリルアミド、N-エチルメタクリルアミド、メタクリルアミドプロパンスルホン酸およびその塩、メタクリルアミドプロピルジメチルアミンおよびその塩、N-メチロールメタクリルアミドおよびその誘導体等のメタクリルアミド誘導体；N-ビニルホルムアミド、N-ビニルアセトアミド、N-ビニルピロリドン等の N-ビニルアミド類；メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、n-プロピルビニルエーテル、i-ブ

ロピルビニルエーテル、n-ブチルビニルエーテル、i-ブチルビニルエーテル、t-ブチルビニルエーテル、ドデシルビニルエーテル、ステアシルビニルエーテル等のビニルエーテル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のニトリル類；塩化ビニル、塩化ビニリデン、フッ化ビニル、フッ化ビニリデン等のハロゲン化ビニル類；酢酸アリル、塩化アリル等のアリル化合物；マレイン酸およびその塩またはそのエステル；イタコン酸およびその塩またはそのエステル；ビニルトリメトキシシラン等のビニルシリル化合物；酢酸イソプロペニル等を挙げることができる。

【0012】PVA フィルムを構成する PVA の平均重合度は、フィルムの強度の点から 500 以上が好ましく、偏光性能の点から 1000 以上がより好ましく、2000 以上がさらに好ましく、3500 以上が特に好ましい。一方に、PVA の重合度の上限は、フィルムの製膜性の点から 8000 以下が好ましく、6000 以下が特に好ましい。平均重合度が 8000 を超えると、モノマー重合時の収率が上がらず、効率が低下する場合がある。なお、PVA の重合度 (P) は JIS K6726 に準じて測定される。すなわち、PVA を再ケン化し、精製した後、30℃ の水中で測定した極限粘度  $[\eta]$

(単位:  $\text{dL/g}$ 、L はリットル) から次式により求められる。

#### 【0013】

$$P = ([\eta] \times 10^3 / 8.29)^{(1/0.62)}$$

【0014】PVA フィルムを構成する PVA のケン化度は、偏光フィルムの耐久性の点から 90 モル% 以上が好ましく、95 モル% 以上がより好ましく、98 モル% 以上がさらに好ましい。一方、フィルムの染色性の点から 99.99 モル% 以下が好ましい。なお、本明細書でいうケン化度とは、ケン化によりビニルアルコール単位に変換され得る単位の中で、実際にビニルアルコール単位にケン化されている単位の割合を示したものである。なお、PVA のケン化度は、JIS 記載の方法により測定を行った。

【0015】PVA フィルムを製造する際に、可塑剤として多価アルコールを添加することが好ましい。多価アルコールとしては、例えば、エチレングリコール、グリセリン、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリメチロールプロパン等を挙げることができ、これらのうち 1 種または 2 種以上を使用することができる。これらの中でも延伸性向上効果から、エチレングリコールまたはグリセリンが好適に使用される。多価アルコールの添加量としては、PVA 100 重量部に対して 1~30 重量部が好ましく、3~25 重量部がさらに好ましく、5~20 重量部が特に好ましい。1 重量部よりも少ないと染色性や延伸性が低下する場合があります、30 重量部よりも多いとフィルムが柔軟になりすぎて取り扱い

い性が低下する場合がある。

【0016】PVAフィルムを製造する際に界面活性剤を添加することが好ましい。界面活性剤は、通常、PVA製膜原料をドラム上あるいはベルト上に吐出させ、乾燥させた後、PVAフィルムのドラムまたはベルトからの剥離性を改善するために添加されているが、特定のノニオン性界面活性剤を用いると、局所的なスジを抑制するのに効果があり、好ましい態様である。この目的に使用しうるノニオン性界面活性剤は、炭素C、酸素O、水素Hおよび窒素N等を含有する界面活性剤であり、その具体例として、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のアルキルエーテル型、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル等のアルキルフェニルエーテル型、ポリオキシエチレンラウレート等のアルキルエステル型、ポリオキシエチレンラウリルアミノエーテル等のアルキルアミン型、ポリオキシエチレンラウリン酸アミド等のアルキルアミド型、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンエーテル等のポリプロピレングリコールエーテル型、ラウリン酸ジエタノールアミド、オレイン酸ジエタノールアミド等のアルカノールアミド型、ポリオキシアルキレンアリルフェニルエーテル等のアリルフェニルエーテル型等のノニオン性界面活性剤が挙げられる。

【0017】前記のノニオン性界面活性剤を用いるにあたり、アニオン性界面活性剤を併用しても差支えない。アニオン性界面活性剤はカリウムK、ナトリウムNa、硫黄S、窒素Nなどを含有していることが好ましく、その具体例として、ラウリン酸カリウム等のカルボン酸型、オクチルサルフェート等の硫酸エステル型、ドデシルベンゼンスルホネート等のスルホン酸型のアニオン性界面活性剤が挙げられる。これらの界面活性剤は1種または2種以上の組み合わせで使用する事ができる。

【0018】界面活性剤の添加量としては、PVA100重量部に対して0.01~2重量部が好ましく、0.02~1重量部がさらに好ましく、0.05~0.5重量部が特に好ましい。0.01重量部よりも少ないと、ドラムまたはベルトからの剥離性が低下することおよび局所的なスジ状欠点が発生する場合がある。2重量部よりも多いと、フィルム表面に溶出しブロッキングの原因になったり、界面活性剤の塊りがフィルム中に存在して、フィルムの欠点となり、光学性能を低下させる場合がある。

【0019】PVAフィルムを製造する際に使用されるPVAを含有する製膜原料の揮発分率は、50~90重量%が好ましく、55~80重量%がさらに好ましい。揮発分率が50重量%よりも小さいと、粘度が高くなるため、フィルムのTD方向の厚み均一性が損なわれるとともに圧力が上昇し、製膜が困難となる場合がある。一方、揮発分率が90重量%よりも大きいと、粘度が低くなりすぎてフィルムのTD方向の厚み均一性が損なわれ

る場合がある。

【0020】本発明で用いるドラムを構成する金属材料としては、例えばニッケル、クロム、銅、ステンレスチール等があるが、ドラム表面が腐蝕しにくく、鏡面光沢であるドラム表面が得られる金属材料が好ましい。また、ドラムの耐久性を高めるため、ドラム表面にニッケル層、クロム層もしくはニッケル/クロム合金層を、単層または2層以上組み合わせでメッキしてもよい。

【0021】本発明に言うドラム製膜とは、回転する好ましくは直径1m~5mの金属ドラム（ロール）上に、溶液もしくは熔融状態の製膜原料を供給し、ドラム（ロール）上で含有される水分や有機溶剤等の揮発分を蒸発させて乾燥させることにより製膜する方法である。引続き、剥離ロールでフィルムが引き剥がされ、さらに乾燥または調湿され適切なフィルムになる。PVAフィルム製造用のダイとしては、例えば、チョークバー方式やフレキシブルリップ方式などを用いることができる。これらのなかでも、一体成形されて滞留部がないフレキシブルリップ方式のダイを用いると、特に、フィルムのTD方向の局所的な厚みの変動（斑）が小さいPVAフィルムが得られるので好ましい。

【0022】本発明に言うフィルムのTD方向（横方向：JIS K 6900参照）の単位mm当たりの厚み変動とは、フィルムの局所的な厚み変動（斑）を表わしており、この厚み変動は0.5μm/mm以下であり、0.28μm/mm以下であることが好ましい。厚み変動が0.5μm/mmを超えるとMD方向（縦方向：JIS K 6900参照）に連続する縦スジが顕著になり、結果として、偏光フィルムとした時、前記スジが濃淡の異なる縦スジとして現れ、品質が低下する。したがって、均一な光学性能を有する偏光フィルムを製造するためには、できるだけ縦スジのないPVAフィルム、すなわちTD方向の厚み変動が0.5μm/mm以下であるPVAフィルムを使用することが非常に重要となる。

【0023】PVAフィルムの平均厚みは20~150μmであり、40~120μmが好ましい。平均厚みが20μm未満になると、偏光フィルムを製造する際の一軸延伸で延伸破れが発生する。また、平均厚みが150μmを超えると、偏光フィルムを製造する際の一軸延伸で延伸斑が発生する。本発明のPVAフィルムの幅は、2m以上であり、2.3m以上であることが好ましく、2.6m以上であることがより好ましく、3m以上であることがさらに好ましく、3.5m以上であることが特に好ましい。幅が2mよりも小さい場合には、一軸延伸時のネックイン（幅方向の収縮）の影響をフィルム中央部付近にまで受けやすく、幅広で光学性能が均一な偏光フィルムが得られない。幅が6mを超えると、偏光フィルムを製造する際の一軸延伸で均一に延伸することが困難になる場合があるので、フィルム幅は6m以下が好まし

く、5m以下がより好ましく、4m以下がさらに好ましい。

【0024】本発明のポリビニルアルコールフィルムから偏光フィルムを製造するには、例えば、PVAフィルムに染色、一軸延伸、固定処理および乾燥処理、さらに必要に応じて熱処理を行えばよい。各工程の順序は特に限定はなく、また染色と一軸延伸等の二つの工程を同時に実施しても構わない。また、各工程を複数回繰り返しても良い。

【0025】染色は一軸延伸前、一軸延伸時、一軸延伸後のいずれでも可能であるが、エチレン変性PVAは一軸延伸により結晶化度が上がりやすく染色性が低下することがあるため、一軸延伸に先立つ任意の工程または一軸延伸工程中において染色するのが好ましい。染色に用いる染料としては、ヨウ素-ヨウ化カリウムまたはDirect black 17、19、154; Direct brown 44、106、195、210、223; Direct red2、23、28、31、37、39、79、81、240、242、247; Direct blue 1、15、22、78、90、98、151、168、202、236、249、270; Direct violet 9、12、51、98; Direct green 1、85; Direct yellow 8、12、44、86、87; Direct orange 26、39、106、107等の二色性染料等が使用できる。染色は、通常PVAフィルムを前記染料を含有する溶液中に浸漬させることにより行うことができるが、その処理条件や処理方法は特に制限されるものではない。

【0026】一軸延伸は湿式延伸法または乾熱延伸法が使用でき、温水中（前記染料を含有する溶液や後記固定処理浴中でもよい）または吸水後のフィルムを用いて空气中で行うことができる。光学性能の均一性の点から、延伸装置はロール間の速度差等を利用したロール延伸法を用いることが最も好ましいが、他の延伸方式に本発明の幅2m以上のポリビニルアルコールフィルムを用いても光学性能の均一性の向上に効果が得られる。延伸倍率は4倍以上が好ましく、5倍以上が特に好ましい。延伸倍率が4倍よりも小さいと、実用的に十分な偏光性能や耐久性能が得られにくい。延伸は一段階で目的の延伸倍率まで行ってもよいが、二段階以上の多段延伸を行った方がさらにネックインが小さくなり光学性能の均一性に効果がある。延伸温度は特に限定されないが、フィルムを温水中で延伸（湿式延伸）する場合は30～90℃が、また乾熱延伸する場合は50～180℃が好適である。延伸後のフィルムの厚みは、3～75μmが好ましく、10～50μmがより好ましい。

【0027】ポリビニルアルコールフィルムへの前記染料の吸着を強固にすることを目的に、固定処理を行う。固定処理に使用する処理浴には、通常ホウ酸およびホウ素化合物が添加される。また、必要に応じて処理浴中にヨウ素化合物を添加してもよい。

【0028】偏光フィルムの乾燥処理（熱処理）は30～150℃で行うのが好ましく、50～150℃で行う

のがより好ましい。

【0029】以上のようにして得られた本発明の偏光フィルムは、通常、その両面または片面に、光学的に透明でかつ機械的強度を有した保護膜を貼り合わせて、偏光板として使用される。保護膜としては、通常セルロースアセテート系フィルム、アクリル系フィルム、ポリエステル系フィルム等が使用される。

#### 【0030】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらにより何ら限定されるものではない。本実施例、比較例に記載されているTD方向の単位mm当たりの厚み変動の測定は次のようにして行なった。

【0031】・TD方向の単位mm当たりの厚み変動の測定

フィルムシクネステスト（KG601A、アンリツ株式会社製）を用いて、フィルムのTD方向の厚みプロファイルを、MD方向に1m間隔で5ヶ所について測定し、TD方向の任意の単位mm当たりの厚み変動の最大値を求めた。

#### 【0032】実施例1

けん化度99、9モル%、重合度2400のPVA100重量部とグリセリン8重量部とラウリン酸ジエタノールアミド0.1重量部と水からなる揮発分率63重量%の製膜原料を、90℃のクロムメッキした直径3.2mの金属ドラムに吐出し、製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプのTダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を80℃の熱風で乾燥し、幅3.4mのPVAフィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み74μmであり、TD方向の単位mm当たりの厚み変動の最大値は0.15μm/mmであった。

【0033】このPVAフィルムを予備膨潤、染色、一軸延伸、固定処理、乾燥、熱処理の順に処理して偏光フィルムを作成した。すなわち、PVAフィルムを30℃の水中に3分間浸漬させて予備膨潤し、ヨウ素濃度0.4g/L、ヨウ化カリウム濃度40g/Lの40℃の水溶液中に4分間浸漬させた。続いて、ホウ酸4%の50℃の水溶液中で5.3倍にロール方式一軸延伸を行った。さらに、ヨウ化カリウム40g/L、ホウ酸40g/Lの30℃の水溶液中に5分間浸漬させて固定処理を行った。フィルムを取り出し、定長下、40℃で熱風乾燥し、さらに100℃で5分間熱処理を行った。得られた偏光フィルムの厚みは26μmであり、この偏光フィルムには染色斑は認められず、クロスニコル状態の2枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを45°の角度で挟み、透過光を目視で観察しても光学的なスジ斑は認められず良好であった。

#### 【0034】実施例2

9

けん化度 99.9 モル%、重合度 4000 の PVA100 重量部とグリセリン 13 重量部とポリオキシエチレンラウリルエーテル 0.1 重量部と水からなる揮発分率 72 重量%の製膜原料を、実施例 1 と同様の金属ドラムに吐出し製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を 90℃ の熱風で乾燥し、幅 3.2 m の PVA フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み 76 μm であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.1 μm/mm であった。さらに実施例 1 で延伸倍率を 5.0 倍とした以外は同様に処理して、厚みが 27 μm の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには染色斑は認められず、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを 45° の角度で挟み、透過光を目視で観察しても光学的なスジ斑は認められず良好であった。

#### 【0035】実施例 3

けん化度 99.9 モル%、重合度 5500 の PVA100 重量部とグリセリン 12 重量部とポリオキシエチレンラウリルエーテル 0.1 重量部と水からなる揮発分率 78 重量%の製膜原料を、90℃ のクロムメッキした直径 2.5 m の金属ドラムに吐出し製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を 92℃ の熱風で乾燥し、幅 2.5 m の PVA フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み 72 μm であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.3 μm/mm であった。さらに実施例 1 で延伸倍率を 4.7 倍とした以外は同様に処理して、厚みが 32 μm の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには染色斑は認められず、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを 45° の角度で挟み、透過光を目視で観察しても光学的なスジ斑は認められず良好であった。

#### 【0036】比較例 1

実施例 1 において、界面活性剤をカチオン系のラウリルトリメチルアンモニウムクロライドに変更した以外は含有量も同一でかつ同一条件でドラム製膜および乾燥し、幅 3.4 m の PVA フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み 75 μm であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.9 μm/mm であった。さらに実施例 1 の延伸倍率を 4.9 倍とした以外は同様に処理して、厚みが 28 μm の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには MD 方向にスジ状の濃い部分が存在する染色斑が認められ、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを 45° の角度で挟み、透過光を目視で観察すると、激しい光学的なスジ状欠点が認められ不良であった。

#### 【0037】比較例 2

(6)

10

実施例 1 の揮発分率を 84 重量%に、製膜原料を吐出する際に用いたダイをチョークバー方式のコートハンガータイプの T ダイに変更した以外は同様の製膜原料を、実施例 1 と同様にドラム製膜および乾燥し、幅 3.3 m の PVA フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み 74 μm であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.7 μm/mm であった。さらに実施例 1 の延伸倍率を 5.0 倍とした以外は同様に処理して、厚みが 29 μm の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには MD 方向にスジ状の薄い部分が存在する染色斑が認められ、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを 45° の角度で挟み、透過光を目視で観察すると、激しい光学的なスジ斑が認められ不良であった。

#### 【0038】比較例 3

実施例 1 と同様の製膜原料を、雰囲気 85℃ で制御したベルト上に吐出し、ベルト製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。得られた PVA フィルムは幅 2.4 m で平均厚さ 74 μm であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.5 μm/mm であった。しかし、本試験で使用したベルトには中央部分に継目があり、この PVA フィルムを暗室で白いボードの前に掲げ、投影機で写したところ、PVA フィルムの中央部分にベルトの継目の転写と思われる光学状のスジが観察された。この PVA フィルムは品質が悪く、このため偏光フィルムの品質評価ができなかった。

#### 【0039】実施例 4

けん化度 99.9 モル%、重合度 1700 の PVA100 重量部とグリセリン 15 重量部とラウリン酸ジエタノールアミド 0.1 重量部と水からなる揮発分率 60 重量%の製膜原料を、92℃ のクロムメッキした直径 3.2 m の金属ドラムに吐出し、製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を 90℃ の熱風で乾燥し、幅 3.2 m の PVA フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み 75 μm であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.2 μm/mm であった。さらに実施例 1 で延伸倍率を 4.4 倍とした以外は同様に処理して、厚みが 33 μm の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには染色斑は認められず、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを 45° の角度で挟み、透過光を目視で観察しても光学的なスジ斑は認められず良好であった。

#### 【0040】比較例 4

実施例 4 と同様の製膜原料を 95℃ のクロムメッキした直径 3.2 m の金属ドラムに吐出し製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ド

ラム表面の製膜原料を95℃の熱風で乾燥し、幅1.8mのPVAフィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み182 $\mu$ mであり、TD方向の単位mm当たりの厚み変動の最大値は0.3 $\mu$ m/mmであった。さらに実施例1で延伸倍率を4.7倍とした以外は同様に処理して、厚みが28 $\mu$ mの偏光フィルムを得た。この偏光フィルムは延伸斑に起因する染色斑\*

\*が認められ、クロスニコル状態の2枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを45°の角度で挟み、透過光を目視で観察すると、光学的なスジ斑が全面に認められ不良であった。以上の実施例1～4、比較例1～3の諸元を表1にまとめた。

【0041】

【表1】

	製膜原料		製膜方法	ドラム 径 (m)	PVAフィルム			偏光板の品質 光学的 スジ斑	備 考
	PVA 重合度	揮発分率 (重量%)			平均厚み ( $\mu$ m)	幅 (m)	厚み変動の 最大値 ( $\mu$ m/mm)		
実施例1	2400	63	ドラム	3.2	74	3.4	0.15	良好	
実施例2	4000	72	ドラム	3.2	76	3.2	0.1	良好	
実施例3	5500	78	ドラム	2.5	72	2.5	0.3	良好	
実施例4	1700	60	ドラム	3.2	75	3.2	0.2	良好	
比較例1	2400	63	ドラム	3.2	75	3.4	0.9	不良	カチオン系界面活性剤添加
比較例2	2400	84	ドラム	3.2	75	3.3	0.7	不良	MD方向にスジが発生し、偏光板にすると激しい染色斑に伴う光学的スジ発生。
比較例3	2400	63	ベルト	—	74	2.4	0.5	不良	ベルト中央部の雜目がフィルムに転写され、光学的スジが発生した。
比較例4	1700	60	ドラム	3.2	182	1.8	0.3	不良	延伸斑が発生。

【0042】

【発明の効果】 以上のように、本発明のPVAフィルム

から得られた偏光フィルムは、従来の偏光フィルムに比べて、大面積においても均一な光学性能を有している。

フロントページの続き

(72) 発明者 河合 勉  
愛媛県西条市朔日市892番地 株式会社ク  
ラレ内

Fターム(参考) 2H049 BA02 BA27 BB43 BC01 BC03  
BC22  
4F205 AA19 AG01 AH73 AR12 GA07  
GB02 GC02 GN24